



Technical Language Service

Translations From And Into Any Language

GERMAN / ENGLISH TRANSLATION OF

Source: PCT Patent Application WO 2004/017761 A1

**Title of the Invention: Spray-Dried Soluble Instant Powder and Instant
Powder Beverage for Producing Beverages and Corresponding
Production Method**

Your Ref: No. 5110

**For: Eastman Chemical Company -
Library and Information Services (LibriS)**

BEST AVAILABLE COPY

(12) INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(19) World Intellectual Property Organization
International Bureau



(43) International Publication Date
4 March 2004

PCT

(10) International Publication Number
WO 2004/017761 A1

- (51) International Patent Classification⁷: A23L 1/22, 1/39 (74) Agent: KECK, Stephan; Eisenfuhr. Speiser & Partners, Martinistrasse 24, 28195 Bremen (DE)
- (21) International Application No.: PCT/EP2002/008677 (81) Designated States (*national*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (22) International Filing Date: 03 August 2002
- (25) Filing Language: German
- (26) Publication Language: German
- (71) Applicant (*for all designated States except US*): DRAGOCO GERBERDING & CO. AG [DE/DE]; Dragocostrasse 1, 37601 Holzminden (DE)
- (72) Inventors; and
- (75) Inventors/Applicants (*for US only*): KUMLEHN, Dieter [DE/DE]; Einbecker Strasse 30, 37603 Holzminden (DE). VATTERROTT, Wolfgang [DE/DE]; Renenring 13, 37632 Eschershausen (DE). BATALIA, Martina [DE/DE]; Brahmsweg 2, 37691 Boffzen (DE). STUBBE, Hans [DE/DE]; Sparenbergstrasse 45, 37603 Holzminden (DE). HAUG< Martin, Ernst [DE/DE]; Fontanenstrasse 5, 37603 Holzminden (DE)
- (84) Designated States (*regional*): ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM); European Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR); OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Attached publications:
- with International Search Report

For two-letter codes and other abbreviations refer to the "Guidance Notes on Codes and Abbreviations" appearing at the beginning of each regular issue of the PCT Gazette.

(54) Title: SPRAY-DRIED SOLUBLE INSTANT POWDER AND INSTANT POWDER BEVERAGE FOR PRODUCING BEVERAGES AND CORRESPONDING PRODUCTION METHOD

(57) Abstract: The invention concerns a method for producing a spray-dried soluble instant powder for producing beverages. Said method consists in: producing a solution containing water, an agent forming a water-soluble matrix and an emulsifier and/or a water-soluble emulsion stabilizer; producing an oil-in-water emulsion by combining the resulting mixture with at least one substance emulsifiable in an aqueous solution, said substance being selected from the group comprising etherified oils, terpenes, sensorially neutral oils, vegetable oils and mixtures thereof, and a pigment load; homogenizing the oil-in-water emulsion; spray-drying the homogenized oil-in-water emulsion to produce a powder having an average grain size ranging between 80 and 250 µm.

Spray-Dried Soluble Instant Powder and Instant Powder Beverage for Producing Beverages and Corresponding Production Method

The present invention primarily relates to a method for the production of a soluble instant spray-dried powder for beverage production and also relates to the soluble instant spray-dried powder itself and an instant beverage powder containing the soluble instant spray-dried powder according to the invention.

Soluble instant spray-dried powder and instant beverage powder produced from it for beverage production have long been known. The task during formulation of instant beverage powder is to imitate a natural beverage, say, a fruit juice-containing beverage as well as possible. The beverage being produced from the instant beverage powder is not only to be similar to the properties of the juice-containing beverage in terms of its taste and color, but also in terms of its mouth feel and clouding (opalescence). The mentioned properties should be present as unrestricted as possible from the time of production of the finished beverage from the soluble instant spray-dried powder or the instant beverage powder to the time of consumption of the produced beverage. [*Translator's Note: the next sentence in the German source patent*

represents a non-sensical combination of portions of the sentence prior to this translator's note with portions of the sentence following this note. Because this is obviously an error, we have omitted said sentence]. However, not only should the finished beverage have a high degree of stability, but so should the soluble instant spray-dried powder.

A particular difficulty during the formulation of soluble instant spray-dried powders and instant beverage powders for the production of cloudy beverages consists of selection of an appropriate clouding agent. Whereas emulsified oil droplets with a diameter of less than 1 μm are frequently used in conventional emulsion beverages, it has thus far been impossible to produce a soluble instant spray-dried powder or beverage powder using soluble instant spray-dried powder that produces a stable emulsion from organoleptically active or neutral oils in water after (re)dissolution in water, in which the emulsified oils produce clouding of the finished beverage. In particular, attempts to dry commercial liquid emulsion flavorings or clouding emulsions for the production of cloudy ready-to-drink beverages did not lead to products that can be used in the usual manner for the production of beverages. We therefore conducted studies of our own for this purpose, some of which are presented further below.

A number of publications deal with the question as to how dry clouding agents and beverage powders can be produced with these dry clouding agents that convey a cloudy impression after (re)dissolution in water:

US 3,023,106 relates to a powdered instant beverage mix, comprising a dried emulsion of a plastic fat, i.e., a fat that is semisolid at room temperature, for example hydrogenated coconut oil. In addition to the plastic fat, the dried emulsion also includes an emulsifier, like gum arabic or the like. The plant fat, however, is relatively easily released during production and storage of the beverage powder, which can lead to agglomeration of the powder and to floating of oil droplets and to an off-note in the stirred beverage.

US 3,658,552 relates to a clouding agent, which, like the clouding agent from US 3,023,106 comprises a plastic fat, but also an inorganic white pigments, like titanium dioxide.

US 3,658,552 is based on US 3,023,106 and outlines the drawbacks of the clouding agent described in US 3,023,106 in a section entitled description of the prior art.

US 4,187,326 relates to a dry beverage mix containing a clouding agent and in which the clouding agent is a product including a dried mixture of maltodextrin, xanthan and dispersed titanium dioxide.

US 4,529,613 relates to a pectin-based clouding agent and evaluates in the introduction to the description the already discussed patents US 4,187,326, US 3,023,106 and US 3,658,552. The methods described in the mentioned documents are all referred to as comparatively inefficient and the reasons for this are seen in the lack of a capability of suspending titanium dioxide for a long time in aqueous solution. According to US 4,529,613 an improvement in this respect is possible if a stabilizer based on pectin is used.

Titanium dioxide is the main substance that produces turbidity in the clouding agents of the last three documents just discussed. Beverages containing titanium dioxide as clouding agents, however, regularly have only limited clouding stability and sedimentation occurs quite quickly. In some countries the use of titanium dioxide in beverages is banned.

WO 85/00005 deals with a beverage clouding agent based on carnauba wax, which is a clouding emulsion that can also include essential oils in addition to a comparatively large amount of carnauba wax (a plant wax scarcely soluble in water). Although the essential oils in the finished beverage should also contribute to clouding, in the context of WO 85/00005, the carnauba wax is critical to the fact that clouding is achieved that comes close to a fruit juice-containing soft drink. A general comment is contained in WO 85/00005 to the effect that the described clouding agent emulsions can be dried (for example spray dried) but the comment is not manifested by examples; in contrast, the examples of WO 85/00005 include such a high percentage of the strongly hygroscopic substance glycerol that spray drying does not appear to be possible.

In view of the number of unsatisfactory attempts to provide a soluble instant spray-dried powder and/or corresponding beverage powder on whose basis a cloudy beverage can be produced, the task of the present invention was to provide a method for the production of a storage-stable soluble instant spray-dried powder for beverage production that can be further processed either after stirring into water to a cloudy finished beverage with high clouding stability or used

together with other ingredients, like sweeteners, acidifiers, dyes and vitamins in an instant beverage powder that has high clouding stability after being stirred into water.

Another task of the present invention was to provide a corresponding soluble instant spray-dried powder, as well a corresponding instant beverage powder.

The primary task of the present invention is solved by means of a method for the production of a soluble instant spray-dried powder for beverage production with the following steps:

- Production of a solution, containing:
 - water,
 - a water-soluble matrix former and
 - a water-soluble emulsifier and/or emulsion stabilizer,
- Production of an O/W emulsion by mixing of the produced mixture at least with
 - a substance emulsifiable in aqueous solution, chosen from the group consisting of essential oils, terpenes, organoleptically neutral oils, vegetable oils and their mixtures and
 - a weighting agent,
- Homogenization of the O/W emulsion (i.e., intimate mixing of the oil and water phase to produce an essentially uniform size of the oil droplets in the water phase),
- Spray drying of the homogenized O/W emulsion to a powder with an average particle size in the range between 80 and 250 μm .

The soluble instant spray-dried powder can be easily stirred into water to form a cloudy beverage in which the emulsifiable substance produces clouding. The spray-dried powder itself, just like a beverage powder produced using it, is also a subject matter of the present invention.

The ingredients used for the production of the soluble instant powder according to the invention preferably do not include inorganic clouding agents (like titanium dioxide).

The invention is based on the attempt to produce a powder from commercial liquid emulsion flavorings by spray drying, which can be further processed (a) to a finished beverage or (b) to an instant beverage powder that then produces a finished beverage after redissolution in water with the addition of, for example, sweetener(s), acidifiers and possibly other ingredients. The finished beverage produced according to (a) and (b) should then correspond fully (a) or at least partially (b) to the beverage produced directly based on the liquid emulsion flavoring.

(Comment: instant beverage powders ordinarily include tricalcium phosphate as an anti-caking agent and usually vitamin C. This has little effect on taste, but viewed from a purely chemical standpoint, the resulting finished beverages are therefore not identical.) However, such attempts failed and mostly because the ingredients of ordinary emulsion flavorings do not permit spray drying to a physically stable powder. The frustrating results of corresponding experiments based on commercial emulsion flavorings roughly corresponding to those that are obtained if the emulsion flavorings described in WO 85/00005 are spray dried.

However, a soluble instant spray-dried powder with clouding stability after dissolution in water can surprisingly be produced after a series of process steps have been modified according to the invention. The following modifications are of special significance:

1. An aqueous solution containing a water-soluble matrix former and a water-soluble emulsifier and/or emulsion stabilizer in addition to water is produced in a first step. An O/W emulsion is produced in a second step from this with the addition of emulsifiable substances and a weighting agent.

The percentage of matrix former, emulsifier/emulsion stabilizer, clouding agent and weighting agent are adjusted so that a stable powder can be obtained by spray drying, i.e., a powder whose form or state is no longer altered under normal conditions.

2. A spray-drying method is chosen that permits the production of a soluble instant spray-dried powder with an average particle size between 80 and 250 μm . Adjustment of an average particle size in the stated range is of special significance for the stability

(especially oxidation stability) and solubility of the powder according to the invention, especially when it includes no inorganic pigments as clouding agent.

Water-soluble substances that are solid at room temperature and are acceptable in terms of food legislation can be used as matrix formers in the context of the invention. The use of matrix formers chosen from the group consisting of maltodextrins and different DE values (DE = dextrose equivalent), modified starches, hydrolyzed starches, dried glucose syrup, lactose and their mixtures is preferred.

Substances that contribute to emulsification of the lipophilic ingredients of the dried mixture being produced in water or stabilizing already existing emulsion of these ingredients in water can be used as emulsifier and/or emulsion stabilizer in the method according to the invention. The emulsifier and/or emulsion stabilizer are preferably chosen from the group consisting of gum arabic, lipophilic starch, like starch sodium octenylsuccinate (modified starch E 1450), xanthan, carrageenan, carob bean flour, guar flour, tragacanth, carboxymethylcellulose (CMC), pectin and their mixtures.

Substances from the group consisting of glycerol abietate, Dammar gum, sucrose acetate isobutyrate (SAIB) and their mixtures are preferably chosen as weighting agent.

Spray drying is preferably conducted with the help of a spray-fluidized bed dryer in the context of the method according to the invention. The homogenized O/W emulsion according to the invention is sprayed in fine droplets; a heated gas stream then takes up the droplets, evaporates the liquid and leaves the form in powdered particles essentially in their original size and shape. Agglomerate formation occurs in the integrated fluidized bed during the second drying step. The finest particles are separated by means of a zig-zag sifter from the end product and fed back to the atomization zone of the spray tower. The dried powder is finally separated from the gas stream and trapped.

Within the context of the present invention one skilled in the art will employ the individual components matrix former, emulsifier/emulsion stabilizer, substance emulsifiable in water (subsequently also called clouding component) and weighting agent in amounts that permit the formation of a spray-dried powder with an average particle size in the range between 80 and

250 μm , in which the spray-dried powder can be easily dissolved in water when mixed with a spoon.

The clouding component is preferably used in an amount in the range between 5 and 20 % by weight, in reference to the total weight of the spray-dried powder. If other clouding components or clouding agents are to be used in addition to the oils used according to the invention (for example, titanium dioxide or another inorganic pigment), the percentage of these other clouding agents will preferably not be above 2 % by weight, again in reference to the total weight of the spray-dried powder. The oils used according to the invention to make the final beverage cloudy are therefore preferably always present in excess relative to any additionally used clouding components and clouding agents; these other clouding components in the final beverage are also in no way responsible for the success according to the invention.

The total amount of clouding components according to the invention and any additionally added oil-soluble flavorings preferably lies in the range between 15 and 20 % by weight in reference to the total weight of the spray-dried powder. If no oil-soluble flavorings are additionally used with the clouding components used according to the invention (oils) (for example for the production of spray-dried powder from which an unflavored clouding emulsion is to be produced), their percentage therefore preferably lies in the stated range between 15 and 20 % by weight in reference to the total weight of the spray-dried powder.

The total amount of employed emulsifier and emulsion stabilizer preferably lies in the range between 12 and 25 % by weight, also in reference to the total weight of the spray-dried powder.

The weight ratio $r_{\text{T/E}}$ of (a) clouding components used according to the invention and any oil-soluble flavorings to (b) emulsifier and/or emulsion stabilizer in the spray-dried powder should lie in the range between 1 and 1.2 so that the beverage being produced from the spray-dried powder (or a beverage powder produced with it) has sufficient emulsion stability, optionally with the use of additional beverage components.

The matrix former in the context of the present invention is preferably used in an amount lying in the range between 50 and 80 % by weight in reference to the total weight of the spray-dried powder.

The weighting agent is preferably used in an amount lying in the range between 4 and 16 % by weight in reference to the total weight of the spray-dried powder.

Advantageously, the weight ratio $r_{T/B}$ of (a) cloudy component as well as any oil-soluble flavoring to (b) weighting agent in the spray-dried powder lies in the range between 1 and 1.7 so that ring formation or sedimentation do not occur in a beverage produced using the spray-dried powder (or beverage powder produced with it).

Naturally other substances can be incorporated in the spray-dried powder in the context of the method according to the invention in addition to the substances just mentioned. In particular, flavorings and/or dyes (for example β -carotene) can be used; this list, however is still not conclusive.

Flavorings are preferably used in an amount lying in the range between 0 and 20 % by weight in reference to the total weight of the spray-dried powder.

The amount of employed dyes preferably lies between 0 and 10 % by weight in reference to the total weight of the spray-dried powder in which an amount in the range between 0.05 and 10 % by weight is ordinarily used, since in most cases a certain coloring will be desired.

The soluble instant powders produced according to the method of the invention are new products that can be easily stored as liquid emulsion flavorings that correspond to them in terms of their active ingredient percentages. In particular, no phase separation, which can occur in liquid emulsion flavorings, is observed in the powders according to the invention. The powders according to the invention include a clouding component, as is usually present in liquid flavoring emulsions and, in addition, no or at least essentially no critical amounts of inorganic clouding agents. The spray-dried powders according to the invention will regularly not contain any plastic fat in the sense of US 3,023,106 either, which is semisolid at room temperature. As in the commercial liquid emulsion flavorings, clouding components that are liquid at 25°C are also preferred in the context of the present invention.

The spray-dried powders according to the invention can be kept for a long time in comparison with liquid emulsion flavorings. Spray-dried powders according to the invention that can be

kept at least 15 months at a temperature of up to +20°C are preferred; one skilled in the art is capable of adjusting the process steps according to the invention so that the mentioned storage life is achieved. In contrast to the spray-dried powders according to the invention, liquid emulsion flavorings ordinarily can only be kept a maximum of 12 months at a temperature of up to +4°C.

Again in comparison with ordinary liquid emulsion flavorings, the spray-dried powders according to the invention are less light- and temperature-sensitive. Whereas a storage temperature of +4°C and storage in the dark are ordinarily recommended in liquid emulsion flavorings, only a storage temperature below +30°C must be maintained with respect to the spray-dried powders according to the invention and dry storage must be ensured. As long as the spray-dried powders according to the invention actually remain dry, optimal flavor protection is automatically guaranteed; in a broader sense microencapsulation is present.

Since the spray-dried powder according to the invention is present in the solid state of aggregation, no or only negligible physical, chemical or microbial alteration processes occur, for which reason the addition of preservatives can be dispensed with.

The desire of a number of beverage manufacturers who would like to offer an identically tasting product both in liquid (ready-to-drink) and powdered (instant beverage powder) form is met with the help of the spray-dried powder according to the invention. A beverage that corresponds in its chemical composition and organoleptic profile almost fully to a product obtained during use of liquid emulsion flavorings, which thus far have only been used in the industrial production stage, can be produced from the spray-dried powders according to the invention both on an industrial scale (typically with addition of sweetener(s), acidifier and possibly other ingredients) and at the level of the end consumer (using instant beverage powder containing the spray-dried powder according to the invention).

Spray-dried powders according to the invention can be used in ordinary instant beverage powders as a replacement for (a) the previously used clouding components, (b) systems of clouding components and dye as well as (c) systems of clouding components, dye and flavoring.

The soluble instant spray-dried powders according to the invention are always pasteurization-stable after dissolution in water.

In addition to the method for the production of a soluble instant spray-dried powder and a soluble instant spray-dried powder itself, the present invention also relates to an instant beverage powder containing a soluble instant spray-dried powder according to the invention in an amount from 0.2 to 35 % by weight in reference to the total weight of the instant beverage powder.

In addition to the insoluble instant spray-dried powder, an instant beverage powder according to the invention always includes sugar or other sweeteners or their combinations, in many cases an acidifier (for example citric acid) and in some cases a thickener (for example, carboxymethyl-cellulose (CMC), pectin) and/or other ordinary additives.

The invention will be further explained below by means of examples and comparative examples (concerning methods and products not according to the invention).

Comparative example 1: Spray drying of a commercial emulsion flavoring (not according to the invention)

5360 g of an orange emulsion flavoring consisting of:

100 g	flavorings
175 g	dyes
180 g	clouding components (terpenes)
217 g	weighting agent (glycerol abietate)
6 g	preservatives
48 g	citric acid
357 g	emulsifier/emulsion stabilizer (gum arabic)
4277 g	water

was produced in which the preservatives, dyes, gum arabic and citric acid were initially dissolved in water. After about 40 minutes solution time or alternatively after lump-free suspension, the flavorings or weighting agents, predissolved in the clouding component were

dispersed in the aqueous solution. The emulsion was homogenized twice at 250 bar of high pressure.

The emulsion flavoring was then dried by a means of a conventional laboratory spray dryer (type: NIRO Minor). The theoretically calculated yield was 1000 g of powder. After spray drying, however, the theoretically calculated yield of 1000 g of powder was not obtained, but only a tacky mass on the wall of the laboratory spray dryer.

The cause of this is seen in the fact that the orange emulsion flavoring did not contain sufficient amounts of matrix-forming substance. The percentage of liquid (oil-soluble) substances was instead more than 50 % by weight, so that the formation of a stable powder was not possible for this reason.

Comments: Here and subsequently, explanations and arguments are to be understood as attempts at an explanation but do not represent a restriction of the technical teachings according to the invention.

Comparative example 2: Addition of maltodextrin to a complete emulsion flavoring and then spray drying (**not** according to the invention)

2700 g of an orange emulsion flavoring consisting of:

50 g	flavorings
88 g	dyes
90 g	clouding components (terpenes)
110 g	weighting agent (glycerol abietate)
3 g	preservative
24 g	citric acid
180 g	emulsifier/emulsion stabilizer (gum arabic)
2155 g	water

was prepared in similar fashion to the procedure described above under 1. 510 g of maltodextrin DE 18-20 was then dissolved into the emulsion flavoring with a paddle mixer (running time of the paddle mixer: 20 minutes). The obtained slurry was then homogenized and dried with the

same laboratory spray dryer already used in the comparative example described under 1. The theoretically calculated yield was 1000 g of powder.

The result of spray drying was a fine, not freely flowing, only poorly soluble powder with an average particle size of about 30 μm , which tended toward agglomeration. After stirring of the powder with a commercial laboratory agitator, undissolved lumps visible with the naked eye remained in the water on the surface of the beverage. The obtained emulsion also proved to be unstable in the standing time test; a standing time of one day under real conditions already led to distinct clarification of the beverage accompanied by a reduction in clouding and ring formation in the bottleneck.

Despite the use of maltodextrin as a matrix former, a dry mixture that exhibited acceptable behavior after redissolution of water therefore cannot be produced from an ordinary emulsion flavoring.

Comparative example 3: Addition of maltodextrin to ingredients of an ordinary emulsion flavoring and subsequent spray drying (**not** according to the invention)

A functional slurry was prepared which corresponded in structure to the orange emulsion flavoring from the second comparative example but contained no preservatives and no citric acid. The slurry contained:

50 g	flavorings
88 g	dyes
90 g	clouding components (terpenes)
110 g	weighting agent (glycerol abietate)
180 g	emulsifier/emulsion stabilizer (gum arabic)
537 g	maltodextrin
1495 g	water

in contrast to the procedure according to the second comparative example, however, gum arabic, maltodextrin (!) and the dyes were dissolved in water with a paddle mixer (running time about 20 minutes) in a first process step.

In a second process step the flavorings and the weighting agent, predissolved in the clouding component were then dispersed in with the paddle mixer (running time about 20 minutes).

The resulting slurry was then homogenized and then dried with a laboratory spray dryer that was already used in the comparative example described under 1.

The result of spray drying was a fine-grained (average particle size about 30 μm) stable powder that could only be dissolved with difficulty in water, however. After stirring of the powder with a commercial laboratory agitator undissolved lumps visible with the naked eye remained in the water on the surface of the liquid.

The emulsion obtained after stirring into water, however, possessed good stability in the ready-made beverage, as shown by the following descriptions of a standing time test and a storage test. With respect to the preparation procedure for the ready-made beverage from spray-dried powder, see example 5.

Standing time test: Conditions and results

A ready-made beverage was prepared from the spray-dried powder just described with a dose of 500 g/1000 L and filled into 330 mL glass bottles. These bottles were stored upright for 6 months under real conditions (room temperature, daylight). The beverages were then evaluated: no loss of clouding, no clarification, no ring formation and no bottom sediment were found.

Storage test: Conditions and results

Procedure up to the filling into 330 mL glass bottles as in the standing time test.

The glass bottles filled with the ready-made beverage were then stored for 3 or 6 days in a light cabinet at 4000 lux and 38°C. This corresponds to roughly storage for 3 or 6 months in a

supermarket, etc., i.e., at room temperature and diffuse light (no direct solar radiation).

Evaluation of the appearance, odor and taste then occurred. The results of the storage are shown in the following table.

Storage time	Appearance	Odor	Taste
Fresh	Uniformly cloudy	Like orange, fresh	Sweet, orange, fresh
3 days	Uniformly cloudy	Like orange, fresh	Sweet, orange, slightly fresh
6 days	Uniformly cloudy	Like orange, somewhat fresh	Sweet, orange, slightly fresh

The spray-dried powder of comparative example 3 can therefore be referred to as physically and organoleptically stable in the ready-made beverage, but the poor solubility of the powder in water appeared to be problematical.

From the present standpoint, the physical and organoleptic stability should be attributed to (a) the appropriate choice of type and amount of matrix former, emulsifier/emulsion stabilizer, clouding agent and weighting agent, as well as flavorings and dyes, as well as (b) the change in procedure during production of the O/W emulsion in comparison with comparative example 2 (the water-soluble matrix former is simultaneously dissolved with the water-soluble emulsifier in water and not subsequently).

Owing to the poor water solubility of the spray-dried powder of the third comparative example, however, this still did not appear to be suitable for practice.

Example 4: Spray drying by means of a spray fluidized bed method (according to the invention)

The formula corresponds to the formula already mentioned in comparative example 3.

Gum arabic, maltodextrin and the dyes were processed together with the clouding components, the weighting agent, the flavorings and water with a powder wetting machine of the type Ystral

Conti-TDS S 100 to a slurry. The running time of the powder wetting machine was about 10 minutes.

The resulting slurry was spray dried in a spray dryer from the Anhydro company (type PSBD 58) operating according to the spray fluidized bed method in which a particle size in the range between 80 and 250 μm was established (particle size determined by means of a particle size analyzer using the laser diffraction techniques; a Master Sizer X from the Malvern company was used).

The resulting powder with said average particle size proved to be free-flowing, low in dust and instantly soluble; the physical and organoleptic stability in the ready-made beverage corresponded to that of comparative example 3.

The powder represents a spray-dried powder according to the invention that can be manually dissolved with a spoon uniformly and quickly in water and therefore can be correctly called "instantly soluble". Agglomeration on the beverage surface is not observed.

Standing time and storage tests were conducted with the instant soluble spray-dried powder according to the invention as described under comparative example 3. The results of said tests corresponded roughly to those of comparative example 3.

With respect to the method for the production of the ready-made beverage used in the standing time of storage tests, reference is made to the following example 5.

Example 5a: Noncarbonated ready-made beverage based on a spray-dried powder according to comparative example 3 and example 4 according to the invention

Example formula for a noncarbonated ready-made beverage based on a spray-dried powder in the fashion of an orange emulsion flavor (comparative example 3; example 4 according to the invention).

Ingredients	kg	ltr
1 Sugar syrup, 65 % by weight	160.00	121.210
2 Citric acid monohydrate solution, 50 % by weight	4.200	3.440
3 Powder in the fashion of an orange emulsion flavoring, 10 % by weight in water	5.000	5.000
4 Preservative sodium benzoate, 20 % by weight in water	0.600	0.600
5 Water, CO ₂ -free	869.750	869.750
	<u>1039.550</u>	<u>1000.000</u>

The spray-dried powder from comparative example 3 and example 4 (spray-dried powder according to the invention) was dissolved in the aqueous phase with the paddle mixer running (small lumps remained on the beverage surface in comparative example 3). Sugar syrup, sodium benzoate (preservative) and citric acid monohydrate solution were then added with the paddle mixer still in operation. Filling of the obtained beverage into the employed 330 mL glass bottles as well as pasteurization in a tunnel pasteurizer then occurred. The hot holding time was 60 seconds at 87°C (corresponding to 5.01 PE).

Example 5b: Carbonated ready-made beverage based on a spray-dried powder according to comparative example 3 and example 4 according to the invention

Example formula for a carbonated ready-made beverage based on a spray-dried powder in the fashion of an orange emulsion flavor (comparative example 3; example 4 according to the invention).

Ingredients	kg	ltr
1 Sugar syrup, 65 % by weight	160.00	121.210
2 Citric acid monohydrate solution, 50 % by weight	4.200	3.440
3 Powder in the fashion of an orange emulsion flavoring, 10 % by weight in water	5.000	5.000
4 Water, CO ₂ -free	870.350	870.350
	<u>1039.550</u>	<u>1000.000</u>

The spray-dried powder from comparative example 3 or example 4 (spray-dried powder according to the invention) was dissolved in the aqueous phase with the paddle mixer operating (small lumps remained on the beverage surface in comparative example 3). Sugar syrup and citric acid monohydrate solution were then added with the paddle mixer still running. Carbonation and filling of the obtained beverage into the employed 330 mL glass bottles then occurred. No pasteurization occurred; the example formula did not contain sodium benzoate as preservative either.

Comparative example 6: Preparation of a beverage powder

Example formula: instant beverage type orange, full sugar version

Ingredients	kg
1 Sugar	93.772
2 Citric acid, anhydrous	4.960
3 Trisodium citrate	0.256
4 Tricalcium phosphate	0.216
5 Vitamin C	0.240
6 Spray-dried powder from example 4 (powder according to the invention)	0.400
7 Gum arabic spray-dried E 414	0.080
8 Xanthan gum E 415	0.072
9 Carboxymethyl cellulose E 466	0.064
10 Pectin E 440	0.040
	<hr/> 100.000

Dosage in ready-to-drink: 125 g of powder in 1 L of water

Production procedure: In a commercial mixer for dry mixtures, for example a plow-share mixer from the Lödige company (for example, model M5R; batch mixer with one shaft), the sugar is initially introduced and all the other (minor) components in any sequence. It is then mixed at about 200 rpm for about 3 minutes.

Example 7: Comparative stability test

Comparative stability test for the beverages are carried out, which were prepared by dissolving the beverage powder in water and then pasteurization. Three different beverage powders were prepared for this, namely:

1. Beverage powder according to example 6 (beverage powder according to the invention, instant beverage type orange, full sugar version)
2. Modified beverage powder in the fashion of a beverage powder from example 6 but in which 0.112 kg clouding agent based on titanium oxide was used instead of component 6 (powder according to the invention).

Formula example 6a:

Ingredients	kg
1 Sugar	93.448
2 Citric acid, anhydrous	4.960
3 Trisodium citrate	0.256
4 Tricalcium phosphate	0.216
5 Vitamin C	0.240
6 Clouding agent produced from 18.1 % by weight of titanium dioxide, 12.7 % by weight of gum arabic and 69.2 % by weight of maltodextrin (DE 18-20)	0.112
7 Spray-dried orange flavoring	0.500
8 Yellow orange S E 110, 85 % by weight	0.024
9 Gum arabic spray-dried E 414	0.080
10 Xanthan gum E 415	0.072
11 Carboxymethylcellulose E 466	0.064
12 Pectin E 440	0.040
	<hr/>
	100.000

3. Modified beverage powder in the fashion of the beverage powder from example 6 but in which 0.400 kg of clouding agent based on vegetable oil was used instead of component 6 (powder according to the invention).

Formula example 6b:

Ingredients	kg
1 Sugar	93.148
2 Citric acid, anhydrous	4.960
3 Trisodium citrate	0.256
4 Tricalcium phosphate	0.216
5 Vitamin C	0.240
6 Clouding agent produced from 19.7 % by weight of vegetable oil (palm kernel oil), 29.6 % by weight of gum arabic and 50.7 % by weight of maltodextrin (DE 18-20)	0.400
7 Spray-dried orange flavoring	0.500
8 Yellow orange S E 110, 85 % by weight	0.024
9 Gum arabic spray-dried E 414	0.080
10 Xanthan gum E 415	0.072
11 Carboxymethylcellulose E 466	0.064
12 Pectin E 440	0.040
	<hr/> 100.000

125 g of beverage powder was made up to 1 L with water and filled into 330 mL glass bottles. The bottles were stored upright under real conditions (room temperature, daylight).

The beverage produced based on a beverage powder according to the invention even after a year showed no change; the clouding had not altered relative to the clouding of a freshly produced beverage.

The beverage passed on a beverage powder modified using titanium dioxide (formula 6a) showed incipient sedimentation after only 24 hours and distinct bottom sediment after 48 hours; the original degree of clouding had diminished accordingly.

The beverage based on a beverage powder modified using vegetable oil (formula 6b) exhibited incipient ring formation in the bottleneck even after 24 hours, which intensified with increasing storage; the vegetable oil is therefore not stably emulsified.

Example 8: Formulas of soluble instant spray-dried powders act (powders spray-dried according to the invention)

Formulas that illustrate the invention without restricting it in any respect are provided in the following table for different flavors as well as an organoleptically neutral powder.

	Orange	Lemon	Exotic	Clouding emulsion	Grapefruit
Flavorings	12	51	120	0	48
Dyes	64	0.83	32	0	0
Clouding agent components	108	16	108	150	120
Weighting agent	80	81	72	100	80
Gum arabic	180	180	180	225	180
Maltodextrin	615	705	665	565	760
Water	1491	1516.17	1373	1360	1362

The amounts contained in the above table are by weight.

Comment: Orange oil was used for the production of the orange flavor, with said orange oil comprising both fractions that fall under the category "clouding components" and fractions that fall under the category "flavorings". The division into the mentioned categories according to the table is a purely mathematical one.

Claims

1. A method for the production of a soluble instant spray-dried powder for beverage production with the following steps:
 - production of a solution, containing:
 - water,
 - a water-soluble matrix former and
 - a water-soluble emulsifier and/or emulsion stabilizer,
 - production of an O/W emulsion by mixing of the produced mixture at least with
 - a substance emulsifiable in an aqueous solution, chosen from the group consisting of essential oils, terpenes, organoleptically neutral oils, vegetable oils and their mixtures and
 - a weighting agent,
 - homogenization of the O/W emulsion,
 - spray-drying of the homogenized O/W emulsion to a powder with an average particle size in the range between 80 and 250 μm .
2. The method according to Claim 1, characterized by the fact that the matrix former is chosen from the group consisting of maltodextrins, modified starches, hydrolyzed starches, dried glucose syrup, lactose and their mixtures.
3. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the emulsifier and/or emulsion stabilizer is chosen from the group consisting of gum arabic, lipophilic starches, like starch sodium octenylsuccinate (modified starch E 1450), xanthan,

carrageenan, carob bean flour, guar flour, tragacanth, carboxymethylcellulose (CMC), pectin and their mixtures.

4. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the weighting agent is chosen from the group consisting of glycerol abietate, Dammar gum, sucrose acetate isobutyrate (SAIB) and their mixtures.
5. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that spray drying is conducted with the help of a spray fluidized bed dryer.
6. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the clouding components are used in an amount lying in the range between 5 and 20 % by weight in reference to the total weight of the soluble instant spray-dried powder.
7. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the total amount of emulsifier and emulsion stabilizer lies in the range between 12 and 25 % by weight in reference to the total weight of the soluble instant spray-dried powder.
8. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the matrix former is used in an amount in the range between 50 and 80 % by weight in reference to the total weight of the soluble instant spray-dried powder.
9. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the weighting agent is used in an amount in the range between 4 and 16 % by weight in reference to the total weight of the soluble instant spray-dried powder.
10. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that no more than 2 % by weight of other clouding components are used, in reference to the total weight of the soluble instant spray-dried powder.
11. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that flavorings and/or dyes and/or acidifiers are additionally used.

12. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the total amount of clouding components and optionally additionally employed oil-soluble flavoring lies in the range between 15 and 20 % by weight in reference to the total weight of the soluble instant spray-dried powder.

13. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the weight ratio $r_{T/E}$ of (a) clouding components as well as optionally flavoring to (b) emulsifier and/or emulsion stabilizer in the soluble instant spray-dried powder lies in the range between 1 and 1.2.

14. The method according to one of the preceding claims, characterized by the fact that the weight ratio $r_{T/E}$ of (a) clouding components as well as optionally flavoring to (b) weighting agent in the soluble instant spray-dried powder lies in the range between 1 and 1.7.

15. A soluble instant spray-dried powder that can be produced according to a method according to one of the Claims 1 to 13.

16. An instant beverage powder, containing a soluble instant spray-dried powder according to Claim 15 in an amount of 0.2-35 % by weight in reference to the total weight of the instant beverage powder.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 02/08677

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
IPC 7 A23L1/22 A23L1/39

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
IPC 7 A23L C11B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA, BIOSIS, MEDLINE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB 1 393 077 A (KAPP I B) 7 May 1975 (1975-05-07)	1-16
Y	page 2, line 20 - page 3, line 2; claims 20,23,24; examples 1-5,11,12	1-16
X	US 3 959 510 A (KAPP IRA B ET AL) 25 May 1976 (1976-05-25)	1-16
Y	column 2, line 57 - column 3, line 21 column 3, line 52 - column 4, line 2; claims 19,22,23; figure; examples 1-5,11,12	1-16
X	GB 1 537 160 A (POLAK FRUTAL WORKS) 29 December 1978 (1978-12-29) page 1, line 21 - line 74 page 2, line 28 - line 72; claims 4-6; example	1-16
	--- -/-	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- *Z* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

10 April 2003

Date of mailing of the international search report

22/04/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.O. 5510 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel: (+31-70) 340-2040, Tx: 31 851 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3010

Authorized officer

Muller, I

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 02/08677

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 358 444 A (CERESTAR HOLDING BV) 14 March 1990 (1990-03-14) page 1, line 11 - line 29 page 2, line 24 - line 30; claims 9,11; examples 1,2	1-16
Y	WO 02 43509 A (LYNCH MAURICE GERARD ;AMUNDARAIN JOSE (US); FMC CORP (US); BERTRAN) 6 June 2002 (2002-06-06) page 4, line 28 -page 6, line 26 page 11, line 20 -page 12, line 18; examples 2,6,8	1-16
Y	US 3 353 961 A (SIMON CLARENCE K) 21 November 1967 (1967-11-21) column 1, line 19 - line 65 column 4, line 32 - line 47; claims 12,15-17; examples I,II	1-16
A	US 3 715 216 A (CRISTOFARO E ET AL) 6 February 1973 (1973-02-06) column 1, line 35 -column 3, line 23; claims 1-14; example	1-16

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

 International Application No
 PCT/EP 02/08677

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 1393077	A	07-05-1975	BE 796632 A1	02-07-1973
			CH 587024 A5	29-04-1977
			DE 2319461 A1	11-04-1974
			FR 2199941 A1	19-04-1974
			FR 939057 A	25-11-1948
			IT 980174 B	30-09-1974
			JP 49069769 A	05-07-1974
			NL 7305534 A	20-03-1974
			US 3959510 A	25-05-1976
US 3959510	A	25-05-1976	BE 796632 A1	02-07-1973
			CH 587024 A5	29-04-1977
			DE 2319461 A1	11-04-1974
			FR 2199941 A1	19-04-1974
			FR 939057 A	25-11-1948
			GB 1393077 A	07-05-1975
			IT 980174 B	30-09-1974
			JP 49069769 A	05-07-1974
			NL 7305534 A	20-03-1974
GB 1537160	A	29-12-1978	NONE	
EP 0358444	A	14-03-1990	EP 0358444 A1	14-03-1990
WO 0243509	A	06-06-2002	AU 1994202 A	11-06-2002
			WO 0243509 A1	06-06-2002
US 3353961	A	21-11-1967	NONE	
US 3715216	A	06-02-1973	CH 507666 A	31-05-1971
			AT 319721 B	10-01-1975
			BE 755303 A1	26-02-1971
			DE 2042572 A1	18-03-1971
			DK 134045 B	06-09-1976
			ES 383412 A1	01-05-1973
			FR 2060967 A5	18-06-1971
			GB 1260776 A	19-01-1972
			IT 1046782 B	31-07-1980
			JP 54000987 B	18-01-1979
			NL 7012647 A ,B	09-03-1971
			NO 134031 B	03-05-1976
			ZA 7005388 A	28-04-1971

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
4. März 2004 (04.03.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2004/017761 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: A23L 1/22, 1/39

(74) Anwalt: KECK, Stephan; Eisenführ, Speiser & Partner,
Martinistrasse 24, 28195 Bremen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2002/008677

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(22) Internationales Anmeldedatum:
3. August 2002 (03.08.2002)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US*): DRAGOCO GERBERDING & CO. AG [DE/DE]; Dragocostrasse 1, 37601 Holzminden (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): KUMLEHN, Dieter [DE/DE]; Einbecker Strasse 30, 37603 Holzminden (DE). VATTEROTT, Wolfgang [DE/DE]; Rebenring 13, 37632 Eschershausen (DE). BATALIA, Martina [/DE]; Brahmweg 2, 37691 Boffzen (DE). STUBBE, Hans [/DE]; Sparenbergstrasse 45, 37603 Holzminden (DE). HAUG, Martin, Ernst [/DE]; Fontanenstrasse 5, 37603 Holzminden (DE).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: SPRAY-DRIED SOLUBLE INSTANT POWDER AND INSTANT POWDER BEVERAGE FOR PRODUCING BEVERAGES AND CORRESPONDING PRODUCTION METHOD

(54) Bezeichnung: INSTANTLÖSLICHES SPRÜHGETROCKNETES PULVER UND INSTANT-GETRÄNKEPULVER FÜR DIE GETRÄNKEHERSTELLUNG SOWIE VERFAHREN ZU DEREN HERSTEL LUNG

(57) Abstract: The invention concerns a method for producing a spray-dried soluble instant powder for producing beverages. Said method consists in: producing a solution containing water, an agent forming a water-soluble matrix and an emulsifier and/or a water-soluble emulsion stabilizer; producing an oil-in-water emulsion by combining the resulting mixture with at least one substance emulsifiable in an aqueous solution, said substance being selected from the group comprising etherified oils, terpenes, sensorially neutral oils, vegetable oils and mixtures thereof, and a pigment load; homogenizing the oil-in-water emulsion; spray-drying the homogenized oil-in-water emulsion to produce a powder having an average grain size ranging between 80 and 250 µm.

(57) Zusammenfassung: Beschrieben wird ein Verfahren zur Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung, mit folgenden Schritten: Herstellen einer Lösung, umfassend: Wasser, einen wasserlöslichen Matrixbildner und einen wasserlöslichen Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator, Herstellen einer O/W-Emulsion durch Vermischen der hergestellten Mischung zumindest mit einer in einer wässrigen Lösung emulgierbaren Substanz, ausgewählt aus der Gruppe, die aus ätherischen Ölen, Terpenen, sensorisch neutralen Ölen, Pflanzenölen und deren Mischungen besteht und einem Beschwerungsmittel, Homogenisieren der O/W-Emulsion, Sprühtrocknen der homogenisierten O/W-Emulsion zu einem Pulver mit einer mittleren Korngrösse im Bereich zwischen 80 und 250 µm.

WO 2004/017761 A1

5

10

15

20

25

Instantlösliches sprühgetrocknetes Pulver und Instant-Getränkepulver für die
30 Getränkeherstellung sowie Verfahren zu deren Herstellung

Die vorliegende Erfindung betrifft primär ein Verfahren zur Herstellung eines
instantlöslichen sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung,
daneben betrifft sie aber auch das instantlösliche sprühgetrocknete Pulver
35 selbst sowie ein Instant-Getränkepulver, das ein erfindungsgemäßes
instantlösliches sprühgetrocknetes Pulver enthält.

Instantlösliche sprühgetrocknete Pulver und daraus hergestellte Instant-
Getränkepulver für die Getränkeherstellung sind seit langem bekannt. Bei der
Formulierung von Instant-Getränkepulvern ist es eine Aufgabe, ein natürliches
40 Getränk, etwa ein fruchtsafthaltiges Getränk, so gut wie möglich
nachzubilden. Das aus dem Instant-Getränkepulver herzustellende Getränk
soll nicht nur hinsichtlich seines Geschmacks und seiner Farbe den
Eigenschaften eines safthaltigen Getränkes ähneln, sondern auch hinsichtlich
seines Mundgefühls (Mouthfeel) und seiner Trübung (Opaleszens). Die
45 genannten Eigenschaften sollen vom Zeitpunkt der Herstellung des fertigen
Getränks aus dem instantlöslichen sprühgetrockneten Pulvers bzw. des
Instant-Getränkepulver bis zum Zeitpunkt des Verzehrs des hergestellten
Getränks möglichst uneingeschränkt vorhanden sein. Aber nicht nur das

Getränks aus dem instantlöslichen sprühgetrockneten Pulvers bzw. des Instant-Getränkepulver bis zum Zeitpunkt des Verzehrs des hergestellten Getränks möglichst uneingeschränkt vorhanden sein. Aber nicht nur das fertige Getränk soll eine hohe Stabilität besitzen, sondern auch das
5 instantlösliche, sprühgetrocknete Pulver selbst.

Eine besondere Schwierigkeit bei der Formulierung von instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvern und Instant-Getränkepulvern für die Herstellung trüber Getränke besteht in der Auswahl eines geeigneten Trübungsmittels (clouding agent). Während in klassischen Emulsionsgetränken emulgierte
10 Öltröpfchen mit einem Durchmesser von $<1\ \mu\text{m}$ eine häufige Verwendung finden, war es bislang nicht möglich, ein instantlösliches sprühgetrocknetes Pulver oder ein Getränkepulver unter Verwendung instantlöslichen sprühgetrockneten Pulvers herzustellen, das nach (Rück-) Lösung in Wasser eine stabile Emulsion aus sensorisch aktiven oder neutralen Ölen in Wasser
15 bewirkt, wobei die emulgierten Öle eine Trübung des fertigen Getränkes ergeben. Insbesondere führten Versuche zur Trocknung von handelsüblichen flüssigen Emulsionsaromen oder Trübungsemulsionen für die Herstellung von trüben Fertiggetränken (ready-to-drink-beverages) nicht zu Produkten, welche in üblicher Weise für die Herstellung von Getränken eingesetzt werden
20 können. Hierzu wurden eigene Untersuchungen vorgenommen, die weiter unten z. T. wiedergegeben sind.

Eine Reihe von Veröffentlichungen befasst sich mit der Frage, auf welche Weise trockene Trübungsmittel bzw. Getränkepulver mit diesem trockenen Trübungsmittel hergestellt werden können, die nach (Rück-) Lösung in
25 Wasser einen trüben Eindruck vermitteln:

US 3,023,106 betrifft einen „powdered instant beverage mix“, der eine getrocknete Emulsion eines „plastic fat“ umfasst, d. h. eines Fettes, das bei Raumtemperatur halbfest ist, z. B. hydriertes Kokosnussöl. Neben dem „plastic fat“ umfasst die getrocknete Emulsion auch einen Emulgator wie
30 Gummi Arabicum oder dergleichen. Das Pflanzenfett wird jedoch relativ leicht während der Herstellung und Lagerung des Getränkepulvers wieder

freigesetzt, was zur Verklumpung im Pulver, und zum Aufschwimmen von Öltröpfchen und zu einer Off-Note im angerührten Getränk führen kann.

US 3,658,552 betrifft ein „clouding agent“, welches ähnlich wie das Trübungsmittel aus der US 3,023,106 ein „plastic fat“ umfasst, daneben aber
5 auch einen anorganischen weißen Pigmentfarbstoff wie z. B. Titandioxid. Die US 3,658,552 baut auf der US 3,023,106 auf und schildert in einem „description of prior art“ überschriebenen Abschnitt die Nachteile des in der US 3,023,106 beschriebenen Trübungsmittels.

US 4,187,326 betrifft ein „dry beverage mix containing a clouding agent“ und
10 bei dem clouding agent (Trübungsmittel) handelt es sich um ein Produkt, das eine getrocknete Mischung aus Maltodextrin, Xanthan und dispergiertem Titandioxid umfasst.

US 4,529,613 betrifft ein „pectin-based clouding agent“ und würdigt in der Beschreibungseinleitung die bereits diskutierten Patente US 4,187,326,
15 US 3,023,106 und US 3,658,552. Die in den genannten Dokumenten beschriebenen Verfahren werden allesamt als vergleichsweise ineffizient bezeichnet und die Ursache hierfür wird jeweils in der fehlenden Fähigkeit gesehen, Titandioxid für lange Zeit in wässriger Lösung zu suspendieren. Gemäß der US 4,529,613 ist insoweit eine Verbesserung möglich, wenn ein
20 Stabilisator auf Pektinbasis eingesetzt wird.

Titandioxid ist in den Trübungsmitteln der drei zuletzt diskutierten Schriften die hauptsächliche, eine Trübung bewirkende Substanz. Getränke, welche Titandioxid als Trübungsmittel umfassen, besitzen jedoch regelmäßig nur eine geringe Trübungsstabilität und es kommt recht schnell zur Sedimentation. In
25 einigen Staaten ist der Einsatz von Titandioxid in Getränken überdies untersagt.

WO 85/00005 befasst sich mit einem „beverage clouding agent based on carnauba wax“, wobei es sich um eine Trübungsemulsion handelt, die neben einer vergleichsweise großen Menge an Carnaubawachs (einem in Wasser
30 kaum löslichen Pflanzenwachs) auch ätherische Öle umfassen kann.

Wenngleich die ätherischen Öle im Fertiggetränk ebenfalls zur Trübung beitragen dürften, ist doch im Rahmen der WO 85/00005 das Carnaubawachs entscheidend dafür, dass eine Trübung erreicht wird, welche der eines fruchtsafthaltigen Softdrinks nahe kommt. In der WO 85/00005 ist ein
5 allgemeiner Hinweis enthalten, dass die beschriebenen Trübungsmittelemulsionen getrocknet werden können (z. B. sprühgetrocknet), doch wird der Hinweis nicht durch Beispiele manifestiert; im Gegenteil umfassen die Beispiele der WO 85/00005 einen derart hohen Anteil an der stark hygroskopischen Substanz Glycerin, dass eine Sprühtrocknung nicht
10 möglich erscheint.

Angesichts der Vielzahl von nicht zufriedenstellenden Versuchen, ein instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver und/oder ein entsprechendes Getränkepulver anzugeben, auf dessen Basis sich ein trübes Getränk herstellen lässt, war es die Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein Verfahren
15 zur Herstellung eines lagerstabilen instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung anzugeben, das entweder nach Einrühren in Wasser zu einem trüben Fertiggetränk mit hoher Trübungsstabilität weiterverarbeitet oder zusammen mit weiteren Bestandteilen wie z. B. Süßungsmittel(n), Säuerungsmittel(n), Farbe(n) und Vitaminen in einem
20 Instant-Getränkepulver eingesetzt werden kann, welches nach Einrühren in Wasser eine hohe Trübungsstabilität aufweist.

Es war eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein entsprechendes instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver sowie ein entsprechendes Instant-Getränkepulver anzugeben.

25 Die primäre Aufgabe der vorliegenden Erfindung wird gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung, mit folgenden Schritten:

- Herstellen einer Lösung, umfassend:

Wasser,

einen wasserlöslichen Matrixbildner und

einen wasserlöslichen Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator,

- 5 - Herstellen einer O/W-Emulsion durch Vermischen der hergestellten Mischung zumindest mit

einer in einer wässrigen Lösung emulgierbaren Substanz, ausgewählt aus der Gruppe, die aus ätherischen Ölen, Terpenen, sensorisch neutralen Ölen, Pflanzenölen und deren Mischungen besteht und

- 10 einem Beschwerungsmittel,

- Homogenisieren der O/W-Emulsion (d. h. inniges Vermengen von Öl- und Wasserphase zur Herstellung einer im wesentlichen einheitlichen Größe der Öltröpfchen in der Wasserphase),

- Sprühtrocknen der homogenisierten O/W-Emulsion zu einem Pulver mit
15 einer mittleren Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 µm.

Das instantlösliche, sprühgetrocknete Pulver lässt sich leicht unter Bildung eines trüben Getränkes in Wasser einrühren, wobei die emulgierbare Substanz die Trübung bewirkt. Das sprühgetrocknete Produkt selbst ist ebenso wie ein unter seiner Verwendung hergestelltes Getränkepulver
20 ebenfalls ein Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

Vorzugsweise umfassen die zur erfindungsgemäßen Herstellung des instantlöslichen Pulvers eingesetzten Bestandteile kein anorganisches Trübungsmittel (wie etwa Titandioxid).

Die Erfindung basiert auf dem Versuch, aus handelsüblichen flüssigen Emulsionsaromen im Wege der Sprühtrocknung ein Pulver herzustellen, welches unter Zugabe von z. B. Süßungsmittel(n), Säuerungsmittel und eventuell weiteren Zutaten (a) zu einem Fertiggetränk oder (b) zu einem

5 Instant-Getränkepulver, das dann nach Rücklösung in Wasser ein Fertiggetränk ergibt, weiterverarbeitet werden kann. Die gemäß (a) und (b) hergestellten Fertiggetränke sollten dabei dem direkt auf Basis des flüssigen Emulsionsaromas hergestellten Getränks völlig (a) oder zumindest in etwa (b) entsprechen. (Anm.: Instant-Getränkepulver umfassen üblicherweise z. B.

10 noch Tricalciumphosphat als Rieselhilfe („Anti-Caking-Agent“) und üblicherweise Vitamin C. Dies hat wenig Einfluss auf den Geschmack, aber rein chemisch gesehen sind die resultierenden Fertiggetränke damit nicht identisch.) Derartige Versuche scheiterten jedoch, und zwar vor allem deshalb, weil die Bestandteile üblicher Emulsionsaromen eine Sprühtrocknung

15 zu einem physikalisch stabilen Pulver nicht zulassen. Die frustrierenden Resultate der entsprechenden Versuche auf Basis handelsüblicher Emulsionsaromen entsprechen in etwa denen, die sich ergeben, wenn die in der WO 85/00005 beschriebenen Emulsionsaromen sprühgetrocknet werden.

Überraschenderweise ließ sich jedoch ein instantlösliches, sprühgetrocknetes

20 Pulver mit Trübungsstabilität nach Auflösen in Wasser, herstellen, nachdem eine Reihe von Verfahrensschritten in erfindungsgemäßer Weise modifiziert worden waren. Folgende Modifikationen sind von besonderer Bedeutung:

1. Es wird in einem ersten Schritt eine wässrige Lösung hergestellt, die neben Wasser einen wasserlöslichen Matrixbildner und einen
- 25 wasserlöslichen Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator umfasst. In einem zweiten Schritt wird hieraus unter Zusatz von emulgierbarer Substanz und Beschwerungsmittel eine O/W-Emulsion hergestellt.

Die Anteile von Matrixbildner, Emulgator/Emulsionsstabilisator, Trübungs- und Beschwerungsmittel werden so eingestellt, dass sich im

30 Wege der Sprühtrocknung ein stabiles Pulver erhalten lässt, d. h. ein Pulver, dessen Form oder Zustand sich unter Normalbedingungen nicht mehr ändert.

2. Es wird ein Sprühtrocknungsverfahren gewählt, das die Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers mit einer mittleren Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 µm erlaubt. Die Einstellung einer mittleren Korngröße im angegebenen Bereich ist von besonderer Bedeutung für die Stabilität (insbesondere Oxidationsstabilität) und Löslichkeit erfindungsgemäßer Pulver, insbesondere, wenn sie keine anorganischen Pigmente als Trübungsmittel umfassen.

Als Matrixbildner sind im Rahmen der Erfindung insbesondere wasserlösliche, bei Raumtemperatur feste und lebensmittelrechtlich unbedenkliche Substanzen einsetzbar. Bevorzugt ist die Verwendung von Matrixbildnern, die aus der Gruppe ausgewählt sind, die aus Maltodextrinen unterschiedlicher DE-Werte (DE = Dextrose-Equivalent), modifizierter Stärke, hydrolysierter Stärke, getrocknetem Glukosesirup, Lactose und deren Mischungen besteht.

Als Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator können im erfindungsgemäßen Verfahren Substanzen eingesetzt werden, welche dazu beitragen, die lipophilen Bestandteile der herzustellenden Trockenmischung in Wasser zu emulgieren oder eine bereits bestehende Emulsion dieser Bestandteile in Wasser zu stabilisieren. Vorzugsweise werden Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator aus der Gruppe ausgewählt, die aus Gummi Arabicum, lipophiler Stärke wie z.B. Stärkenatriumoctenylsuccinat (Modifizierte Stärke E 1450), Xanthan, Carragenan, Johannisbrotkemmehl, Guarkernmehl, Tragant, Carboxymethylcellulose (CMC), Pektin und deren Mischungen besteht.

Als Beschwerungsmittel werden vorzugsweise Substanzen aus der Gruppe ausgewählt, die aus Glycerinabietat, Dammar Harz, Sucrose Acetat Isobutyryl (SAIB) und deren Mischungen besteht.

Vorzugsweise wird die Sprühtrocknung im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens mittels eines Spray-Fluidized-Bed-Trockners durchgeführt. Hierbei wird die erfindungsgemäß homogenisierte O/W-Emulsion in feine Tröpfchen versprüht; danach nimmt ein erhitzter Gasstrom die Tröpfchen auf, verdampft die Flüssigkeit und lässt die entstehenden Pulverpartikel in im Wesentlichen

ihrer ursprünglichen Größe und Form zurück. Im integrierten Fließbett findet während des zweiten Trocknungsschrittes eine Agglomeratbildung statt. Die feinsten Partikel werden mit Hilfe eines Zig Zag Siebers vom Endprodukt abgetrennt und in die Zerstäubungszone des Sprühturms zurückgeführt.

5 Schließlich wird das getrocknete Pulver vom Gasstrom abgetrennt und aufgefangen.

Im Rahmen der vorliegenden Erfindung wird der Fachmann die einzelnen Komponenten Matrixbildner, Emulgator/Emulsionsstabilisator, in Wasser emulgierbare Substanz (nachfolgend auch Trübungskomponente genannt)

10 und Beschwerungsmittel in Mengen einsetzen, welche die Bildung eines sprühgetrockneten Pulvers mit einer mittleren Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 μm erlauben, wobei sich das sprühgetrocknete Pulver unter Rühren mit einem Löffel leicht in Wasser auflösen lässt.

Vorzugsweise wird die Trübungskomponente in einer Menge eingesetzt, die

15 im Bereich zwischen 5 und 20 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers. Sofern zusätzlich zu den erfindungsgemäß eingesetzten Ölen noch andere Trübungskomponenten oder Trübungsmittel eingesetzt werden sollen (z. B. Titandioxid oder ein anderes anorganisches Pigment), wird der Anteil an diesen sonstigen Trübungsmitteln vorzugsweise

20 nicht über 2 Gew.-% liegen, wiederum bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers. Die erfindungsgemäß eingesetzten, das Endgetränk trübenden Öle, liegen also vorzugsweise immer im Überschuss gegenüber ggf. additiv eingesetzten Trübungskomponenten und Trübungsmitteln vor; diese sonstigen ein Endgetränk trübenden Komponenten

25 sind überdies in keiner Weise für den erfindungsgemäßen Erfolg verantwortlich.

Vorzugsweise liegt die Gesamtmenge an erfindungsgemäßen Trübungskomponenten und ggf. additiv eingesetzten öllöslichen Aromastoffen im Bereich zwischen 15 und 20 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des

30 sprühgetrockneten Pulvers. Werden keine öllöslichen Aromastoffe zusätzlich zu den erfindungsgemäß eingesetzten Trübungskomponenten (Ölen) eingesetzt (z. B. zur Herstellung eines sprühgetrockneten Pulvers, aus dem

eine nicht-aromatisierte Trübungsemulsion erzeugt werden soll), so liegt deren Anteil somit vorzugsweise im angegebenen Bereich zwischen 15 und 20 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers.

Die Gesamtmenge an eingesetztem Emulgator und Emulsionsstabilisator liegt
5 vorzugsweise im Bereich zwischen 12 und 25 Gew.-%, ebenfalls bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers

In dem sprühgetrockneten Pulver sollte das Massenverhältnis $r_{T/E}$ von (a) erfindungsgemäß eingesetzten Trübungskomponenten sowie ggf. öllöslichem Aromastoff zu (b) Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator im Bereich
10 zwischen 1 und 1,2 liegen, damit das aus dem sprühgetrockneten Pulver (bzw. einem damit hergestellten Getränkepulver) herzustellende Getränk ggf. unter Einsatz weiterer Getränkekomponenten eine ausreichende Emulsionsstabilität besitzt.

Der Matrixbildner wird im Rahmen der vorliegenden Erfindung vorzugsweise
15 in einer Menge eingesetzt, die im Bereich zwischen 50 und 80 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers.

Das Beschwerungsmittel wird vorzugsweise in einer Menge eingesetzt, die im Bereich zwischen 4 und 16 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers.

20 Vorteilhafterweise liegt in dem sprühgetrockneten Pulver das Massenverhältnis $r_{T/B}$ von (a) Trübungskomponente sowie gegebenenfalls öllöslichem Aromastoff zu (b) Beschwerungsmittel im Bereich zwischen 1 und 1,7, damit es in einem Getränk, das unter Verwendung des sprühgetrockneten Pulvers (bzw. eines damit hergestellten Getränkepulvers) hergestellt wird,
25 nicht zur Ringbildung oder Sedimentation kommt.

Selbstverständlich können im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens neben den vorstehend genannten Substanzen auch noch andere Substanzen in die sprühgetrocknete Pulver eingearbeitet werden. Insbesondere können

Aromastoffe und/oder Farbstoffe (z. B. β -Carotin) eingesetzt werden; diese Liste ist jedoch noch nicht abschließend.

Aromastoffe werden vorzugsweise in einer Menge eingesetzt, die im Bereich zwischen 0 und 20 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des
5 sprühgetrockneten Pulvers.

Die Menge eingesetzter Farbstoffe liegt vorzugsweise zwischen 0 und 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des sprühgetrockneten Pulvers, wobei üblicherweise eine Menge im Bereich zwischen 0,05 und 10 Gew.-%
eingestellt wird, da in den meisten Fällen eine gewisse Farbgebung erwünscht
10 sein wird.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten instantlöslichen Pulver sind neue Produkte, welche leichter gelagert werden können als flüssige Emulsionsaromen, die ihnen hinsichtlich der Wirkstoffanteile entsprechen. Insbesondere wird bei den erfindungsgemäßen Pulvern keine
15 Phasentrennung beobachtet, die bei flüssigen Emulsionsaromen auftreten kann. Die erfindungsgemäßen Pulver umfassen eine Trübungskomponente, wie sie üblicherweise in flüssigen Aromenemulsionen vorliegt und daneben keine oder zumindest im Wesentlichen keine entscheidenden Mengen an anorganischen Trübungsmitteln. Regelmäßig werden die erfindungsgemäßen
20 sprühgetrockneten Pulver auch kein „plastic fat“ im Sinne der US 3,023,106 umfassen, das bei Raumtemperatur halbfest ist. Ähnlich wie in handelsüblichen flüssigen Emulsionsaromen werden nämlich auch im Rahmen der vorliegenden Erfindung Trübungskomponenten bevorzugt, die bei 25°C flüssig sind.

25 Die erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulver sind im Vergleich zu flüssigen Emulsionsaromen lange haltbar. Bevorzugt sind erfindungsgemäße sprühgetrocknete Pulver, die zumindest 15 Monate bei einer Temperatur von bis zu +20°C haltbar sind; der Fachmann ist in der Lage, die erfindungsgemäßen Verfahrensschritte so einzustellen, dass die genannte
30 Haltbarkeit erreicht wird. Im Unterschied zu den erfindungsgemäßen

sprühgetrockneten Pulvern sind flüssige Emulsionsaromen regelmäßig nur maximal 12 Monate bei einer Temperatur von bis zu +4°C haltbar.

Wiederum im Vergleich mit üblichen flüssigen Emulsionsaromen sind die erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulver weniger licht- und
5 temperaturempfindlich. Während bei flüssigen Emulsionsaromen regelmäßig eine Lagertemperatur von +4°C und eine Lagerung im Dunkeln empfohlen wird, sollte hinsichtlich des erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulvers lediglich eine Lagertemperatur unter +30°C eingehalten und eine trockene Lagerung gewährleistet werden. Solange das erfindungsgemäße
10 sprühgetrocknete Pulver tatsächlich trocken bleibt, wird automatisch ein optimaler Aromaschutz gewährleistet; im weiteren Sinne liegt eine Mikroverkapselung vor.

Da das erfindungsgemäße sprühgetrocknete Pulver im festen Aggregatzustand vorliegt, finden keine oder nur vernachlässigbare
15 physikalische, chemische oder mikrobielle Veränderungsprozesse statt, weswegen auch auf den Zusatz von Konservierungsmitteln verzichtet werden kann.

Mit dem erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulver wird dem Wunsch einer Vielzahl von Getränkeherstellern entsprochen, die ein identisch
20 schmeckendes Produkt sowohl in flüssiger (Ready-to-drink) als auch in pulverförmiger (Instant-Getränkepulver) Form anbieten wollen. Aus den erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulvern lässt sich sowohl im industriellen Maßstab (typischerweise unter Zugabe von Süßungsmittel(n), Säuerungsmittel und evt. weiteren Zutaten) als auch auf der Ebene des
25 Endverbrauchers (unter Verwendung von Instant-Getränkepulver, das das erfindungsgemäße sprühgetrocknete Pulver umfasst) jeweils ein Getränk herstellen, das in seiner chemischen Zusammensetzung nahezu und in seinem sensorischen Profil vollständig einem Produkt entspricht, wie man es bei Verwendung flüssiger Emulsionsaromen erhält, welche bislang nur auf der
30 industriellen Fertigungsstufe eingesetzt wurden.

Die erfindungsgemäßen sprühgetrockneten Pulver können in herkömmlichen Instant-Getränkepulvern als Ersatz für (a) die bislang eingesetzten Trübungskomponenten, (b) Systeme aus Trübungskomponente und Farbstoff sowie (c) Systeme aus Trübungskomponente, Farbstoff und Aromastoff
5 eingesetzt werden.

Die erfindungsgemäßen instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver sind regelmäßig nach Auflösen in Wasser pasteurisationsstabil.

Die vorliegende Erfindung betrifft neben den Verfahren zur Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers und eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers selbst auch Instant-Getränkepulver, die ein
10 erfindungsgemäßes instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver in einer Menge von 0,2 bis 35 Gew.-% bezogen auf die Gesamtmasse des Instant-Getränkepulvers umfassen.

Ein erfindungsgemäßes Instant-Getränkepulver umfasst neben dem
15 instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver regelmäßig Zucker oder andere Süßungsmittel oder Kombinationen daraus, in vielen Fällen ein Säuerungsmittel (z. B. Zitronensäure) sowie in manchen Fällen Verdickungsmittel (z. B. Carboxymethylcellulose (CMC), Pektin) und/oder sonstige übliche Zusatzstoffe.

20 Die Erfindung wird nachfolgend anhand von Beispielen und Vergleichsbeispielen (zu nicht erfindungsgemäßen Verfahren bzw. Produkten) näher erläutert.

Vergleichsbeispiel 1: Sprühtrocknung eines handelsüblichen Emulsionsaromas (nicht erfindungsgemäß)

5360 g eines Orangen-Emulsionsaromas bestehend aus:

100 g	Aromastoffe
175 g	Farbstoffe
180 g	Trübungskomponente (Terpene)
217 g	Beschwerungsmittel (Glycerinabietat)
6 g	Konservierungsstoffe
48 g	Citronensäure
357 g	Emulgator/Emulsionsstabilisator (Gummi Arabicum)
4277 g	Wasser

5

wurden hergestellt, wobei zunächst die Konservierungsstoffe, Farbstoffe, das Gummi Arabicum und die Zitronensäure in Wasser gelöst wurden. Nach ca. 40 Minuten Lösungszeit oder alternativ nach klumpenfreier Suspension wurden die Aromastoffe sowie das Beschwerungsmittel, vorgelöst in der

10 Trübungskomponente, in die wässrige Lösung eindispersiert. Anschließend wurde die Emulsion zweimal bei 250 bar Hochdruck homogenisiert.

Anschließend wurde das Emulsionsaroma mittels eines konventionellen Laborsprühtrockners (Typ: NIRO-Minor) getrocknet. Die theoretisch berechnete Ausbeute betrug 1000 g Pulver. Nach der Spühtrocknung ergab

15 sich allerdings nicht die theoretisch berechnete Ausbeute von 1000 g Pulver, sondern lediglich eine klebrige Masse an der Wand des Laborsprühtrockners.

Die Ursache hierfür wird in dem Umstand gesehen, dass das Orangen-Emulsionsaroma keine ausreichenden Mengen an matrixbildender Substanz umfasste; der Anteil an flüssigen (öllöslichen) Substanzen lag vielmehr über

20 50 Gew.-%, so dass die Bildung eines stabilen Pulvers aus diesem Grunde nicht möglich war.

Anmerkung: Hier und nachfolgend sollen Erklärungen und Begründungen im Sinne von Erklärungsversuchen verstanden werden, stellen jedoch keine Beschränkung der erfindungsgemäßen technischen Lehre dar.

- Vergleichsbeispiel 2:** Zugabe von Maltodextrin zu einem kompletten Emulsionsaroma und anschließende Sprühtrocknung (nicht erfindungsgemäß)

Es wurden 2700 g eines Orangen-Emulsionsaromas bestehend aus:

50 g	Aromastoffe
88 g	Farbstoffe
90 g	Trübungskomponente (Terpene)
110 g	Beschwerungsmittel (Glycerinabietat)
3 g	Konservierungsstoffe
24 g	Citronensäure
180 g	Emulgator/Emulsionsstabilisator (Gummi Arabicum)
2155 g	Wasser

- analog der Vorgehensweise, die vorstehend unter 1. beschrieben ist, hergestellt. Danach wurden 510 g Maltodextrin DE 18 - 20 mit einem Flügelrührer in das Emulsionsaroma hineingelöst (Laufzeit des Flügelrührers: 20 Minuten). Anschließend wurde die erhaltene Slurry homogenisiert und mittels desselben Laborsprühtrockners getrocknet, der schon in dem unter 1. beschriebenen Vergleichsbeispiel eingesetzt wurde. Die theoretisch berechnete Ausbeute betrug 1000 g Pulver.

- Das Resultat der Sprühtrocknung war ein feines, nicht frei fließendes, nur schlecht lösliches Pulver einer mittleren Partikelgröße von ca. 30 µm, das zu Klumpenbildung neigte. Nach Einrühren des Pulvers mit einem handelsüblichen Laborrührer in Wasser verblieben mit dem bloßen Auge sichtbare ungelöste Klumpen an der Oberfläche des Getränkes. Die erhaltene Emulsion erwies sich überdies im Standzeittest als nicht stabil; bereits eine Standzeit von einem Tag unter Realbedingungen führte zu einer deutlichen

Aufklärung des Getränkes, einhergehend mit einer Abnahme der Trübung und einer Ringbildung im Flaschenhals.

Trotz der Verwendung von Maltodextrin als Matrixbildner ließ sich somit aus einem üblichen Emulsionsaroma keine Trockenmischung herstellen, die nach
5 Rücklösung in Wasser ein akzeptables Verhalten zeigte.

Vergleichsbeispiel 3: Zugabe von Maltodextrin zu Bestandteilen eines üblichen Emulsionsaromas und anschließende Sprühtrocknung (**nicht** erfindungsgemäß)

Es wurde eine funktionelle Slurry hergestellt, die in ihrem Aufbau dem
10 Orangen-Emulsionsaroma aus dem zweiten Vergleichsbeispiel entsprach, allerdings keine Konservierungsstoffe und keine Citronensäure umfasste. Die Slurry umfasste:

50 g	Aromastoffe
88 g	Farbstoffe
90 g	Trübungskomponente (Terpene)
110 g	Beschwerungsmittel (Glycerinabietat)
180 g	Emulgator/Emulsionsstabilisator (Gummi Arabicum)
537 g	Maltodextrin
1495 g	Wasser

Im Unterschied zur Vorgehensweise gemäß dem zweiten Vergleichsbeispiel
15 wurden allerdings in einem ersten Verfahrensschritt Gummi Arabicum, Maltodextrin (!) und die Farbstoffe mit einem Flügelrührer in Wasser gelöst (Laufzeit ca. 20 Minuten).

In einem zweiten Verfahrensschritt wurden dann die Aromastoffe und das Beschwerungsmittel, vorgelöst in der Trübungskomponente, mit Hilfe des
20 Flügelrührers eindispersiert (Laufzeit ca. 20 Minuten).

Die resultierende Slurry wurde dann homogenisiert und anschließend mit einem Laborsprühtrockner getrocknet, der schon in dem unter 1. beschriebenen Vergleichsbeispiel eingesetzt wurde.

Das Resultat der Sprühtrocknung war ein feinkörniges (mittlere Partikelgröße ca. 30 μm), stabiles Pulver, das sich jedoch nur schlecht in Wasser lösen ließ. Nach Einrühren des Pulvers mit einem handelsüblichen Laborrührer in Wasser verblieben mit dem bloßen Auge sichtbare ungelöste Klumpen an der

5 Oberfläche der Flüssigkeit.

Die nach Einrühren in Wasser erhaltene Emulsion besaß allerdings eine gute Stabilität im Fertiggetränk, wie sich aus den nachfolgenden Beschreibungen eines Standzeit-Tests und eines Lagertests ergibt. Hinsichtlich der Herstellvorschrift für das Fertiggetränk aus sprühgetrocknetem Pulver siehe

10 Beispiel 5.

Standzeit-Test: Bedingungen und Ergebnisse

Aus dem vorstehend beschriebenen sprühgetrockneten Pulver wurde mit einer Dosierung von 500 g/1000 L ein Fertiggetränk hergestellt und in 330 ml Glasflaschen abgefüllt. Diese Flaschen wurden unter Realbedingungen

15 (Raumtemperatur, Tageslicht) sechs Monate stehend gelagert. Anschließend wurden die Getränke beurteilt: Es wurde kein Trübungsverlust, keine Aufklärung, keine Ringbildung und kein Bodensatz festgestellt.

Lagertest: Bedingungen und Ergebnisse

Vorgehensweise bis zur Abfüllung in 330 ml Glasflaschen wie beim Standzeit-

20 Test.

Die mit Fertiggetränk gefüllten Glasflaschen wurden dann drei bzw. sechs Tage in einem Lichtschrank bei 5000 Lux und 38°C gelagert. Dies entspricht in etwa einer Lagerung von 3 bzw. 6 Monaten in einem Supermarkt o. ä., d. h. bei Raumtemperatur und diffusem Licht (keine direkte Sonneneinstrahlung).

25 Anschließend erfolgte eine Beurteilung von Aussehen, Geruch und Geschmack. Die Ergebnisse des Lagertests sind in der nachfolgenden Tabelle wiedergegeben:

Lagerzeit	Aussehen	Geruch	Geschmack
Frisch	Gleichmäßig trüb	Nach Orange, frisch	Süß, orange, frisch
3 Tage	Gleichmäßig trüb	Nach Orange, frisch	Süß, orange, leicht frisch
6 Tage	Gleichmäßig trüb	Nach Orange, etwas frisch	Süß, orange, leicht frisch

Das sprühgetrocknete Pulver des Vergleichsbeispiels 3 kann somit als im Fertiggetränk physikalisch und sensorisch stabil bezeichnet werden, problematisch erschien jedoch die schlechte Löslichkeit des Pulvers in Wasser.

Aus heutiger Sicht dürften die physikalische und sensorische Stabilität auf (a) die geeignete Auswahl von Art und Menge von Matrixbildner, Emulgator/Emulsionsstabilisator, Trübungs- und Beschwerungsmittel sowie Aroma- und Farbstoffen sowie (b) die Änderung der Vorgehensweise bei der Herstellung der OW-Emulsion im Vergleich zum Vergleichsbeispiel 2 (der wasserlösliche Matrixbildner wird gleichzeitig mit dem wasserlöslichen Emulgator in Wasser gelöst und nicht nachträglich) zurückzuführen sein.

Auf Grund der schlechten Wasserlöslichkeit des sprühgetrockneten Pulvers des dritten Vergleichsbeispiels erschien dieses jedoch noch nicht praxistauglich.

Beispiel 4: Sprühtrocknung mittels des Spray-Fluidized-Bed-Verfahrens (erfindungsgemäß)

Die Rezeptur entspricht der bereits in Vergleichsbeispiel 3 genannten Rezeptur.

Es wurden Gummi Arabicum, Maltodextrin und die Farbstoffe zusammen mit den Trübungskomponenten, dem Beschwerungsmittel, den Aromastoffen und dem Wasser mit einer Pulverbenetzungsmaschine des Typs Ystral Conti-TDS S 100 zu einer Slurry verarbeitet. Die Laufzeit der Pulverbenetzungsmaschine
5 betrug ca. 10 Minuten.

Die resultierende Slurry wurde in einem nach dem Spray-Fluidized-Bed-Verfahren arbeitenden Sprühtrockner der Firma Anhydro (Typ PSBD 58) sprühgetrocknet, wobei eine Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 µm eingestellt wurde (Partikelgröße bestimmt mittels eines particle size analyzers
10 unter Verwendung der Laser-Diffraktionstechnologie; eingesetzt wurde ein Master Sizer X der Firma Malvern).

Das resultierende Pulver mit der besagten mittleren Korngröße erwies sich als freifließend, staubarm und instantlöslich; die physikalische und sensorische Stabilität im Fertiggetränk entsprach der aus Vergleichsbeispiel 3.

15 Das Pulver stellt ein erfindungsgemäßes sprühgetrocknetes Pulver dar, das sich manuell mit einem Löffel gleichmäßig und schnell in Wasser lösen lässt und daher zu Recht „instantlöslich“ genannt werden kann. Eine Verklumpung auf der Getränkeoberfläche ist nicht zu beobachten.

Mit dem erfindungsgemäßen instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver
20 wurden Standzeit- und Lagertests durchgeführt wie unter Vergleichsbeispiel 3 beschrieben. Die Ergebnisse der besagten Tests entsprachen in etwa denen aus Vergleichsbeispiel 3.

Hinsichtlich des Verfahrens zur Herstellung des in den Standzeit- und Lagertests eingesetzten Fertiggetränkes wird auf das nachfolgende Beispiel 5
25 verwiesen.

Beispiel 5a: Stilles Fertiggetränk auf Basis eines sprühgetrockneten Pulvers gemäß Vergleichsbeispiel 3 und erfindungsgemäßigem Beispiel 4:

Beispielrezeptur für ein stilles Fertiggetränk auf Basis eines sprühgetrockneten Pulvers nach Art eines Orangen-Emulsionsaromas (Vergleichsbeispiel 3; erfindungsgemäßes Beispiel 4).

Bestandteile	kg	ltr
1 Zuckersirup 65 % mas	160,00	121,210
2 Zitronensäuremonohydratlösung 50 % mas	4,200	3,440
3 Pulver nach Art eines Orangen-Emulsionsaromas, 10 % mas in Wasser	5,000	5,000
4 Konservierungsmittel Natriumbenzoat, 20 % mas in Wasser	0,600	0,600
5 Wasser, still	869,750	869,750
	1039,550	<u>1000,000</u>

Das sprühgetrocknete Pulver aus Vergleichsbeispiel 3 bzw. Beispiel 4 (erfindungsgemäßes sprühgetrocknetes Pulver) wurde bei laufendem Flügelrührer in der Wasserphase gelöst (in Vergleichsbeispiel 3 verblieben kleine Klumpen an der Getränkeoberfläche). Dann wurden Zuckersirup, Natriumbenzoat (Konservierungsmittel) und Zitronensäuremonohydratlösung bei weiterhin laufendem Flügelrührer hinzugefügt. Anschließend erfolgte die Abfüllung des erhaltenen Getränks in die verwendeten 330 ml Glasflaschen sowie eine Pasteurisation in einem Tunnelpasteur. Die Heißhaltezeit betrug dabei 60 Sekunden bei 87°C (entspricht 5,01 PE).

Beispiel 5b Carbonisiertes Fertiggetränk auf Basis eines sprühgetrockneten Pulvers gemäß Vergleichsbeispiel 3 und erfindungsgemäßigem Beispiel 4:

Beispielrezeptur für ein carbonisiertes Fertiggetränk auf Basis eines sprühgetrockneten Pulvers nach Art eines Orangen-Emulsionsaromas (Vergleichsbeispiel 3; erfindungsgemäßes Beispiel 4).

Bestandteile	kg	ltr
1 Zuckersirup 65 % mas	160,00	121,210
2 Citronensäuremonohydratlösung 50 % mas	4,200	3,440
3 Pulver nach Art eines Orangen-Emulsionsaromas, 10 % mas in Wasser	5,000	5,000
4 Wasser, still	870,350	870,350
	1039,550	<u>1000,000</u>

- Das sprühgetrocknete Pulver aus Vergleichsbeispiel 3 bzw. Beispiel 4 (erfindungsgemäßes sprühgetrocknetes Pulver) wurde bei laufendem Flügelrührer in der Wasserphase gelöst (in Vergleichsbeispiel 3 verblieben
5 kleine Klumpen an der Getränkeoberfläche). Dann wurden Zuckersirup und Zitronensäuremonohydratlösung bei weiterhin laufendem Flügelrührer hinzugefügt. Anschließend erfolgte eine Carbonisierung und Abfüllung des erhaltenen Getränks in die verwendeten 330 ml Glasflaschen. Es erfolgte keine Pasteurisation; die Beispielrezeptur umfasste auch kein Natriumbenzoat
10 als Konservierungsmittel.

Vergleichsbeispiel 6: Herstellung eines Getränkepulvers

Beispielrezeptur: Instant-Getränk Typ Orange, Vollzucker-Version

Bestandteile	kg
1 Zucker	93,672
2 Citronensäure-Anhydrat	4,960
3 Trinatriumcitrat	0,256
4 Tricalciumphosphat	0,216
5 Vitamin C	0,240
6 Sprühgetrocknetes Pulver aus Beispiel 4 (erfindungsgemäßes Pulver)	0,400
7 Gummi Arabicum sprühgetrocknet E 414	0,080
8 Xanthan Gummi E 415	0,072
9 Carboxymethylcellulose E 466	0,064
10 Pectin E 440	0,040
	<hr/> 100,000

Dosierung in Ready-to-drink: 125g Pulver in 1 l Wasser

- 5 Herstellvorschrift: In einem handelsüblichen Mischer für Trockenmischungen, z. B. einem Pflugscharmischer der Firma Lödige (z.B. Modell M5R; Batch-Mischer mit einer Welle) wird zunächst der Zucker vorgelegt und danach werden alle anderen (Minor-) Komponenten in beliebiger Reihenfolge zugegeben. Anschließend wird bei ca. 200 U/min etwa drei Minuten gemischt.

10 **Beispiel 7:** Vergleichende Stabilitätstests

Es wurden vergleichende Stabilitätstests für Getränke durchgeführt, die durch Lösen des Getränkepulvers in Wasser und anschließender Pasteurisation hergestellt wurden. Hierzu wurden drei unterschiedliche Getränkepulver hergestellt, nämlich:

- 15 1. Getränkepulver gemäß Beispiel 6 (erfindungsgemäßes Getränkepulver Instant-Getränktyp Orange, Vollzucker-Version)

2. Modifiziertes Getränkepulver nach Art des Getränkepulvers aus Beispiel 6, wobei jedoch an Stelle der Komponente 6 (erfindungsgemäßes Pulver) 0,112 kg auf Titandioxid basierendem Trübungsmittel eingesetzt wurden.

5 Rezepturbeispiel 6a:

Bestandteile	kg
1 Zucker	93,448
2 Citronensäure-Anhydrat	4,960
3 Trinatriumcitrat	0,256
4 Tricalciumphosphat	0,216
5 Vitamin C	0,240
6 Trübungsmittel zusammengesetzt aus 18,1 % mas	0,112
Titandioxid, 12,7 % mas Gummi arabicum und	0,500
69,2 % Maltodextrin (DE 18-20)	0,024
7 Sprühgetrocknetes Orangen-Aroma	
8 Gelborange S E 110, 85 % mas	
9 Gummi Arabicum sprühgetrocknet E 414	0,080
10 Xanthan Gummi E 415	0,072
11 Carboxymethylcellulose E 466	0,064
12 Pectin E 440	0,040
	<hr/> 100,000

3. Modifiziertes Getränkepulver nach Art des Getränkepulvers aus Beispiel 6 wobei jedoch an Stelle von Komponente 6 (erfindungsgemäßes Pulver) 0,400 kg auf Pflanzenöl basierendes Trübungsmittel eingesetzt wurden.

Rezepturbeispiel 6b:

	Bestandteile	kg
1	Zucker	93,148
2	Citronensäure-Anhydrat	4,960
3	Trinatriumcitrat	0,256
4	Tricalciumphosphat	0,216
5	Vitamin C	0,240
6	Trübungsmittel zusammengesetzt aus 19,7 % mas	0,400
	Pflanzenöl (Palmkernöl), 29,6 % mas Gummi	0,500
	arabicum und 50,7 % mas Maltodextrin (DE 18-20)	0,024
7	Sprühgetrocknetes Orangen-Aroma	
8	Gelborange S E 110, 85 % mas	
9	Gummi Arabicum sprühgetrocknet E 414	0,080
10	Xanthan Gummi E 415	0,072
11	Carboxymethylcellulose E 466	0,064
12	Pectin E 440	0,040
		<hr/>
		100,000

- Jeweils 125 g Getränkepulver wurden mit Wasser auf jeweils 1 Liter aufgefüllt
 5 und in 330 ml Glasflaschen abgefüllt. Die Flaschen wurden unter Realbedingungen (Raumtemperatur, Tageslicht) stehend gelagert.

- Das auf Basis eines erfindungsgemäßen Getränkepulvers hergestellte Getränk zeigte auch nach einem Jahr keine Veränderung; die Trübung hatte sich gegenüber der Trübung des frisch hergestellten Getränkes nicht
 10 verändert.

Das Getränk auf Basis eines unter Verwendung von Titandioxid modifizierten Getränkepulvers (Rezeptur 6a) zeigte schon nach 24 h eine beginnende Sedimentation und nach 48 h einen deutlichen Bodensatz; dementsprechend hatte sich der ursprüngliche Trübungsgrad reduziert.

- 15 Das Getränk auf Basis eines unter Verwendung von Pflanzenöl modifizierten Getränkepulvers (Rezeptur 6b) zeigte schon nach 24 h eine beginnende Ringbildung im Flaschenhals, die sich mit zunehmender Lagerung verstärkte ; das Pflanzenöl war also nicht stabil emulgiert.

Beispiel 8: Rezepturen erfindungsgemäßer instantlöslicher, sprühgetrockneter Pulver (Pulver auf erfindungsgemäße Weise sprühgetrocknet)

In der nachfolgenden Tabelle sind für verschiedene Geschmacksnoten sowie für ein sensorisch neutrales Pulver Rezepturen angegeben, welche die Erfindung illustrieren sollen, ohne in irgendeiner Hinsicht beschränkend zu wirken.

	Orange	Citrone	Exotic	Trübungs- emulsion	Grapefruit
Aromastoffe	12	51	120	0	48
Farbstoffe	64	0,83	32	0	0
Trübungsstoffe komponenten	108	16	108	150	120
Beschwerungs- mittel	80	81	72	100	80
Gummi	180	180	180	225	180
Arabicum					
Maltodextrin	615	705	665	565	760
Wasser	1491	1516,17	1373	1360	1362

Die in der vorstehenden Tabelle enthaltenen Mengenangaben sind Massenangaben.

Anm.: Für die Herstellung der Geschmacksnote Orange wurde Orangenöl eingesetzt, welches sowohl Anteile umfasst, die in die Kategorie „Trübungskomponenten“ fallen, als auch Anteile, die in die Kategorie „Aromastoffe“ fallen. Die Aufteilung in die genannten Kategorien gemäß der Tabelle ist eine rein rechnerische.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers für die Getränkeherstellung, mit folgenden Schritten:

- Herstellen einer Lösung, umfassend:

5 Wasser,

 einen wasserlöslichen Matrixbildner und

 einen wasserlöslichen Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator,

- Herstellen einer O/W-Emulsion durch Vermischen der hergestellten Mischung zumindest mit

10 einer in einer wässrigen Lösung emulgierbaren Substanz, ausgewählt aus der Gruppe, die aus ätherischen Ölen, Terpenen, sensorisch neutralen Ölen, Pflanzenölen und deren Mischungen besteht und

 einem Beschwerungsmittel,

- Homogenisieren der O/W-Emulsion,

15 - Sprühtrocknen der homogenisierten O/W-Emulsion zu einem Pulver mit einer mittleren Korngröße im Bereich zwischen 80 und 250 µm.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Matrixbildner ausgewählt ist aus der Gruppe, die aus Maltodextrinen, modifizierter Stärke, hydrolysierte Stärke, getrocknetem Glukosesirup,
20 Lactose und deren Mischungen besteht.

3. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator ausgewählt ist aus der Gruppe, die aus Gummi Arabicum, lipophiler Stärke

wie z.B. Stärkenatriumoctenylsuccinat (Modifizierte Stärke E 1450), Xanthan, Carragenan, Johannisbrotkernmehl, Guarkernmehl, Tragant, Carboxymethylcellulose (CMC), Pektin und deren Mischungen besteht.

4. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Beschwerungsmittel ausgewählt ist aus der Gruppe, die aus Glycerinabietat, Dammar Harz, Sucrose Acetat Isobutytrat (SAIB) und deren Mischungen besteht.
5. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Sprühtrocknung mittels eines Spray-Fluidized-Bed-Trockners durchgeführt wird.
6. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Trübungskomponente in einer Menge eingesetzt wird, die im Bereich zwischen 5 und 20 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.
7. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Gesamtmenge an eingesetztem Emulgator und Emulsionsstabilisator im Bereich zwischen 12 und 25 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.
8. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Matrixbildner in einer Menge eingesetzt wird, die im Bereich zwischen 50 und 80 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.
9. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass das Beschwerungsmittel in einer Menge eingesetzt wird, die im Bereich zwischen 4 und 16 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.

10. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass nicht mehr als 2 Gew.-% sonstige Trübungskomponenten eingesetzt werden, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.
- 5 11. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zusätzlich Aromastoffe und/oder Farbstoffe und/oder Säuerungsmittel eingesetzt werden.
12. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Gesamtmenge an Trübungskomponenten und
10 gegebenenfalls zusätzlich eingesetztem öllöslichem Aromastoff im Bereich zwischen 15 und 20 Gew.-% liegt, bezogen auf die Gesamtmasse des instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulvers.
13. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in dem instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver das
15 Massenverhältnis $r_{T/E}$ von (a) Trübungskomponente sowie gegebenenfalls Aromastoff zu (b) Emulgator und/oder Emulsionsstabilisator im Bereich zwischen 1 und 1,2 liegt.
14. Verfahren nach einem der vorangehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass in dem instantlöslichen, sprühgetrockneten Pulver das
20 Massenverhältnis $r_{T/B}$ von (a) Trübungskomponente sowie gegebenenfalls Aromastoff zu (b) Beschwerungsmittel im Bereich zwischen 1 und 1,7 liegt.
15. Instantlösliches, sprühgetrocknetes Pulver, herstellbar nach einem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 – 13.
16. Instant-Getränkepulver, umfassend ein instantlösliches,
25 sprühgetrocknetes Pulver nach Anspruch 15 in einer Menge von 0,2 – 35 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtmasse des Instant-Getränkepulvers.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

National Application No
PCT/EP 02/08677

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 A23L1/22 A23L1/39		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 A23L C11B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA, BIOSIS, MEDLINE		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	GB 1 393 077 A (KAPP I B) 7 May 1975 (1975-05-07)	1-16
Y	page 2, line 20 -page 3, line 2; claims 20,23,24; examples 1-5,11,12	1-16
X	US 3 959 510 A (KAPP IRA B ET AL) 25 May 1976 (1976-05-25)	1-16
Y	column 2, line 57 -column 3, line 21 column 3, line 52 -column 4, line 2; claims 19,22,23; figure; examples 1-5,11,12	1-16
X	GB 1 537 160 A (POLAK FRUTAL WORKS) 29 December 1978 (1978-12-29) page 1, line 21 - line 74 page 2, line 28 - line 72; claims 4-6; example	1-16
	--- -/-	
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 10 April 2003		Date of mailing of the international search report 22/04/2003
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Muller, I

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 02/08677

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP 0 358 444 A (CERESTAR HOLDING BV) 14 March 1990 (1990-03-14) page 1, line 11 - line 29 page 2, line 24 - line 30; claims 9,11; examples 1,2 ----	1-16
Y	WO 02 43509 A (LYNCH MAURICE GERARD ;AMUNDARAIN JOSE (US); FMC CORP (US); BERTRAN) 6 June 2002 (2002-06-06) page 4, line 28 -page 6, line 26 page 11, line 20 -page 12, line 18; examples 2,6,8 ----	1-16
Y	US 3 353 961 A (SIMON CLARENCE K) 21 November 1967 (1967-11-21) column 1, line 19 - line 65 column 4, line 32 - line 47; claims 12,15-17; examples I,II ----	1-16
A	US 3 715 216 A (CRISTOFARO E ET AL) 6 February 1973 (1973-02-06) column 1, line 35 -column 3, line 23; claims 1-14; example -----	1-16

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1992)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/EP 02/08677

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
GB 1393077	A	07-05-1975	BE 796632 A1	02-07-1973
			CH 587024 A5	29-04-1977
			DE 2319461 A1	11-04-1974
			FR 2199941 A1	19-04-1974
			FR 939057 A	25-11-1948
			IT 980174 B	30-09-1974
			JP 49069769 A	05-07-1974
			NL 7305534 A	20-03-1974
			US 3959510 A	25-05-1976
US 3959510	A	25-05-1976	BE 796632 A1	02-07-1973
			CH 587024 A5	29-04-1977
			DE 2319461 A1	11-04-1974
			FR 2199941 A1	19-04-1974
			FR 939057 A	25-11-1948
			GB 1393077 A	07-05-1975
			IT 980174 B	30-09-1974
			JP 49069769 A	05-07-1974
			NL 7305534 A	20-03-1974
GB 1537160	A	29-12-1978	NONE	
EP 0358444	A	14-03-1990	EP 0358444 A1	14-03-1990
WO 0243509	A	06-06-2002	AU 1994202 A	11-06-2002
			WO 0243509 A1	06-06-2002
US 3353961	A	21-11-1967	NONE	
US 3715216	A	06-02-1973	CH 507666 A	31-05-1971
			AT 319721 B	10-01-1975
			BE 755303 A1	26-02-1971
			DE 2042572 A1	18-03-1971
			DK 134045 B	06-09-1976
			ES 383412 A1	01-05-1973
			FR 2060967 A5	18-06-1971
			GB 1260776 A	19-01-1972
			IT 1046782 B	31-07-1980
			JP 54000987 B	18-01-1979
			NL 7012647 A ,B	09-03-1971
			NO 134031 B	03-05-1976
			ZA 7005388 A	28-04-1971

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nationales Aktenzeichen
PCT/EP 02/08677A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 A23L1/22 A23L1/39

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 A23L C11B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, FSTA, BIOSIS, MEDLINE

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	GB 1 393 077 A (KAPP I B) 7. Mai 1975 (1975-05-07)	1-16
Y	Seite 2, Zeile 20 -Seite 3, Zeile 2; Ansprüche 20,23,24; Beispiele 1-5,11,12	1-16
X	US 3 959 510 A (KAPP IRA B ET AL) 25. Mai 1976 (1976-05-25)	1-16
Y	Spalte 2, Zeile 57 -Spalte 3, Zeile 21 Spalte 3, Zeile 52 -Spalte 4, Zeile 2; Ansprüche 19,22,23; Abbildung; Beispiele 1-5,11,12	1-16
X	GB 1 537 160 A (POLAK FRUTAL WORKS) 29. Dezember 1978 (1978-12-29) Seite 1, Zeile 21 - Zeile 74 Seite 2, Zeile 28 - Zeile 72; Ansprüche 4-6; Beispiel	1-16
	--- -/--	

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nahelegend ist

& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

10. April 2003

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

22/04/2003

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Muller, I

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nationales Aktenzeichen
PCT/EP 02/08677

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	EP 0 358 444 A (CERESTAR HOLDING BV) 14. März 1990 (1990-03-14) Seite 1, Zeile 11 - Zeile 29 Seite 2, Zeile 24 - Zeile 30; Ansprüche 9,11; Beispiele 1,2 ----	1-16
Y	WO 02 43509 A (LYNCH MAURICE GERARD ;AMUNDARAIN JOSE (US); FMC CORP (US); BERTRAN) 6. Juni 2002 (2002-06-06) Seite 4, Zeile 28 -Seite 6, Zeile 26 Seite 11, Zeile 20 -Seite 12, Zeile 18; Beispiele 2,6,8 ----	1-16
Y	US 3 353 961 A (SIMON CLARENCE K) 21. November 1967 (1967-11-21) Spalte 1, Zeile 19 - Zeile 65 Spalte 4, Zeile 32 - Zeile 47; Ansprüche 12,15-17; Beispiele I,II ----	1-16
A	US 3 715 216 A (CRISTOFARO E ET AL) 6. Februar 1973 (1973-02-06) Spalte 1, Zeile 35 -Spalte 3, Zeile 23; Ansprüche 1-14; Beispiel -----	1-16

Formblatt PCT/ISA/210 (Fortsetzung von Blatt 2) (Juli 1992)

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

nationales Aktenzeichen

PCT/EP 02/08677

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB 1393077 A	07-05-1975	BE 796632 A1	02-07-1973
		CH 587024 A5	29-04-1977
		DE 2319461 A1	11-04-1974
		FR 2199941 A1	19-04-1974
		FR 939057 A	25-11-1948
		IT 980174 B	30-09-1974
		JP 49069769 A	05-07-1974
		NL 7305534 A	20-03-1974
		US 3959510 A	25-05-1976
US 3959510 A	25-05-1976	BE 796632 A1	02-07-1973
		CH 587024 A5	29-04-1977
		DE 2319461 A1	11-04-1974
		FR 2199941 A1	19-04-1974
		FR 939057 A	25-11-1948
		GB 1393077 A	07-05-1975
		IT 980174 B	30-09-1974
		JP 49069769 A	05-07-1974
		NL 7305534 A	20-03-1974
GB 1537160	A	29-12-1978	KEINE
EP 0358444	A	14-03-1990	EP 0358444 A1 14-03-1990
WO 0243509	A	06-06-2002	AU 1994202 A 11-06-2002
			WO 0243509 A1 06-06-2002
US 3353961	A	21-11-1967	KEINE
US 3715216	A	06-02-1973	CH 507666 A 31-05-1971
			AT 319721 B 10-01-1975
			BE 755303 A1 26-02-1971
			DE 2042572 A1 18-03-1971
			DK 134045 B 06-09-1976
			ES 383412 A1 01-05-1973
			FR 2060967 A5 18-06-1971
			GB 1260776 A 19-01-1972
			IT 1046782 B 31-07-1980
			JP 54000987 B 18-01-1979
			NL 7012647 A ,B 09-03-1971
			NO 134031 B 03-05-1976
			ZA 7005388 A 28-04-1971

Formblatt PCT/ISA/210 (Anhang Patentfamilie)(Juli 1992)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.